

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-089532

(43)Date of publication of application : 10.04.1998

(51)Int.Cl.

F16K 31/126  
C23C 16/44  
F16K 31/06  
F16K 49/00  
H01L 21/205  
H01L 21/31

(21)Application number : 08-227900

(71)Applicant : RINTETSUKU:KK

(22)Date of filing : 08.08.1996

(72)Inventor : ONO HIROFUMI

(30)Priority

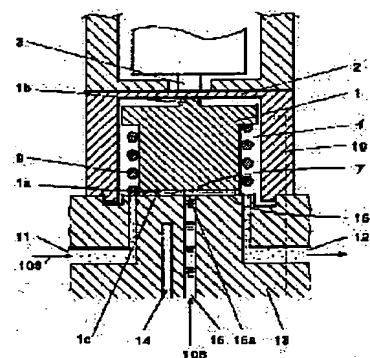
Priority number : 07347266  
08215348Priority date : 13.12.1995  
25.07.1996Priority country : JP  
JP

## (54) VALVE STRUCTURE FOR VAPORIZATION DEVICE

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a vaporization device which operates with high vaporizing efficiency and in which pressure variations are decreased, thereby improve the yield of wafer by enhancing the accuracy of results.

**SOLUTION:** The valve structure for vaporization device is provided with a valve seat 16 which fronts on a vaporization area (b) where liquid material 106 vaporizes and on which a liquid material supply port 15a for supplying the liquid material 106 to the vaporization area (b), is provided, and a valve element 1 capable of controlling the opening of a passage which abuts on and separates from the valve seat 16 to extend from the liquid material supply port 15a to the vaporization area (b) when the passage is opened and closed, and closed. Thus, the valve structure can control the flow rate of the liquid material 106 flowing out from the passage to the vaporization area (b).



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-89532

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月10日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

F 1 6 K 31/126

F 1 6 K 31/126

Z

C 2 3 C 16/44

C 2 3 C 16/44

C

F 1 6 K 31/06

F 1 6 K 31/06

3 8 5 F

49/00

49/00

B

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-227900

(71) 出願人 390014409

株式会社リンテック

(22) 出願日 平成8年(1996) 8月8日

滋賀県野洲郡中主町大字乙窪字澤588番1

(31) 優先権主張番号 特願平7-347266

(72) 発明者 小野 弘文

滋賀県野洲郡中主町大字乙窪字澤588番1

(32) 優先日 平7(1995)12月13日

株式会社リンテック内

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(74) 代理人 弁理士 森 義明

(31) 優先権主張番号 特願平8-215348

(32) 優先日 平8(1996) 7月25日

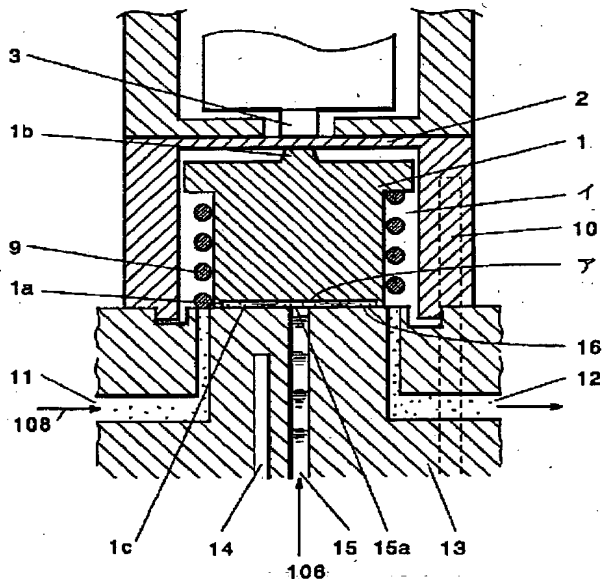
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(54) 【発明の名称】 気化装置の弁構造

(57) 【要約】

【課題】 気化効率が高く、圧力変動の少ない気化装置を提供して、成膜の精度を高めることによりウエハの歩留りを向上させる。

【解決手段】 液体材料(106)が気化する気化域(1)に臨み、液体材料(106)を前記気化域(1)に供給する液体材料供給口(15a)が設けられている弁座(16)と、該弁座(16)に当接・離間して前記液体材料供給口(15a)から気化域(1)に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体(1)とを備え、該流路から気化域(1)に流出する液体材料(106)の流量を制御可能である。



**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 液体材料が気化する気化域に臨み、液体材料を前記気化域に供給する液体材料供給口が設けられている弁座と、該弁座に当接・離間して前記液体材料供給口から気化域に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体とを備え、該流路から気化域に流出する液体材料の流量を制御可能であることを特徴とする気化装置の弁構造。

【請求項2】 液体材料が気化する気化域に臨み、液体材料を前記気化域に供給する液体材料供給口が設けられている弁座と、気化域に開口せる液体材料が気化した気化材料の出口と、弁座の設けられているボティに設置され、液体材料供給口から気化域に流出する液体材料を加熱するヒータと、該弁座に当接・離間して前記液体材料供給口から気化域に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体とを備え、該流路から気化域に流出する液体材料の流量を制御可能であることを特徴とする気化装置の弁構造。

【請求項3】 液体材料が気化する気化域に臨み、液体材料を前記気化域に供給する液体材料供給口が設けられている弁座と、気化域に開口せるキャリアガス入口と、気化域に開口し、キャリアガスと液体材料が気化した気化材料の混合ガスの出口と、弁座の設けられているボティに設置され、液体材料供給口から気化域に流出する液体材料を加熱するヒータと、該弁座に当接・離間して前記液体材料供給口から気化域に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体とを備え、該流路から気化域に流出する液体材料の流量を制御可能であることを特徴とする気化装置の弁構造。

【請求項4】 弁体が、弁座に当接・離間するダイヤフラムであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の気化装置の弁構造。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【産業上の利用分野】本発明は、主として半導体製造等に用いられる液体材料の気化装置の弁構造に関するものである。

**【0002】**

【従来の技術】半導体の製造工程において、成膜装置の一つとしてCVD装置（化学的蒸着装置）が極めて重視され、多用されている。成膜材料の一つとしてTEOS、TEB、TMOPといった液体化合物（＝液体材料）が使用されている。これらの液体化合物を実際に使用するに際しては、液体材料を何らかの手段を用いて気化する必要がある。

【0003】そのための方法として液体用質量流量計（マスフローメータ）と気化装置を組み合わせた液体材料の気化供給器が商品化され、普及してきている。半導体の製造工程においてCVD装置にガスを供給する機構の概念図を図1に示す。尚、図1において気化装置は後

述する本発明のものを示しているが、それ以外は従来と同様の構成であるため便宜上この図を用いて説明する。

【0004】液体容器(105)内のTEOS等の液体材料(106)は加圧ガス（一般にヘリウム）(107)によって加圧され、液体用マスフローメータ(101)に送られる。液体用マスフローメータ(101)からの流量制御信号が気化装置(100)に送られ、気化装置(100)内部で液体の流量が任意の値に制御される。不活性ガスよりなるキャリアガス(108)はキャリアガス用マスフローメータ(104)を介して気化装置(100)に送られる。

【0005】気化装置(100)に内蔵された開閉バルブを開状態にすると、内部で気化されたガスはキャリアガスと共にCVD装置(102)に送られる。これによって成膜が開始される。このプロセスは減圧下で行われるため、反応室は真空ポンプ(108)により常に排気されている。CVD装置(102)内の圧力は圧力計(103)により確認できるようにになっている。

【0006】図9は従来の気化装置の要部を示した図である。ここに液体域(A)は液体で満たされている領域、気化域(B)は液体が気化される領域、運搬域(C)は液体が気化されキャリアガスによって運ばれる領域である。

【0007】液体用マスフローメータ(101)より送られて来た液体材料(106)は、液体入口(20)より気化装置(100)内に導入される。(23)は液体域(A)内の液体材料(106)が気化域(B)に流入する量を制御するための流量制御弁体である。バネ(29)は流量制御弁体(23)を押し下げて弁座(27)と流量制御弁体(23)の弁座当接部(23b)との間を広げ、液体域(A)と気化域(B)とを連通させようとする。

【0008】又、制御用プランジャ(25)は流量制御用駆動部によりダイヤフラム(26)を介して流量制御弁体(23)の端部(23a)と接している。したがって、制御用プランジャ(25)を図において上方に移動させると、流量制御弁体(23)はバネ(24)に抗して押し上げられ、液体域(A)と気化域(B)との間を閉鎖する。

【0009】したがって、制御用プランジャ(25)による流量制御弁体(23)の動作制御により、液体材料(106)の気化域(B)への流量が正確に制御される。

【0010】気化域(B)へ流入した液体材料(106)は気化して、キャリアガス(108)により運搬域(C)を経て出口(22)から排出されCVD装置(102)に供給される。

【0011】運搬域(C)内には液体材料を完全に遮断するために閉止用弁体(24)が設けられており、開閉制御用駆動部に接続された開閉プランジャ(24b)により押し下げられ、先端部(24a)が気化域(B)と運搬域(C)との間を閉鎖することができ、成膜プロセスを完全に停止させる。

【0012】このようにして流量制御弁体(23)を備えた流量制御バルブと、閉止用弁体(24)を備えた閉止バルブの両方を併用して液体材料の供給を制御しているのは、流量制御バルブは液体の流量を微小量かつ正確に制御せ

ねばならないので、閉止用バルブとはお互いに機能を分担させているためである。

【発明が解決しようとする課題】

【0013】しかし、閉止用バルブが運搬域(C)に存在するために不都合を生じている。すなわち、閉止弁体(24)が気化域(B)の真上にかぶさるように位置するため、気化域(B)の排気効率が低下し、気化域(B)の内部圧は上昇する。

【0014】一般に気化は圧力が低いほど効率が高いため、気化域(B)の圧力上昇によって液体材料の気化が妨げられ、液体材料の一部が気化せず液体のまま残存することになる。この液体(28)は気化域(B)で突沸し、運搬域(C)内部の器壁や閉止弁体に衝突し、瞬間的に気化する。これによって圧力が上昇し、直後に低下するという圧力変動を生じることになる。

【0015】この圧力変動は成膜を行うCVD装置(10)にも達し、設置されている圧力計(103)に観測される。圧力変動は成膜に重大な影響を及ぼし、圧力変動が大きいと半導体表面にムラを生じたり、膜厚不均一の原因となりウエハの歩留りを低下させる原因となる。そこで、気化効率が高く、圧力変動の少ない気化装置が求められている。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明の気化装置の弁構造は、『液体材料(106)が気化する気化域(4)に臨み、液体材料を前記気化域(4)に供給する液体材料供給口(15a)が設けられている弁座(16)と、該弁座(16)に当接・離間して前記液体材料供給口(15a)から気化域(4)に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体(1)とを備え、該流路から気化域(4)に流出する液体材料の流量を制御可能である』ことを特徴とする。

【0017】これによれば、弁体(1)が従来の流量制御弁体(23)の機能と、閉止用弁体(24)の機能を合わせ持つために気化装置内に別途閉止用弁体を設ける必要がなくなる。したがって、閉止用弁体の存在に起因する気化効率の低下が解消され、圧力変動を少なくすることができる。

【0018】『請求項2』は気化装置の弁構造の具体例1で『液体材料(106)が気化する気化域(4)に臨み、液体材料(106)を前記気化域(4)に供給する液体材料供給口(15a)が設けられている弁座(16)と、気化域(4)に開口せる液体材料(106)が気化した気化材料の出口(12)と、弁座(16)の設けられているボディ(13)に設置され、液体材料供給口(15a)から気化域(4)に流出する液体材料(106)を加熱するヒータ(10)と、該弁座(16)に当接・離間して前記液体材料供給口(15a)から気化域(4)に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体(1)とを備え、該流路から気化域(4)に流出する液体材料(106)の流量を制御可能である』ことを特徴とし、『請求項3』は同具体例2で『液体材料(106)が気化する気化域(4)に

臨み、液体材料(106)を前記気化域(4)に供給する液体材料供給口(15a)が設けられている弁座(16)と、気化域(4)に開口せるキャリアガス入口(11)と、気化域(4)に開口し、キャリアガス(108)と液体材料(106)が気化した気化材料の混合ガスの出口(12)と、弁座(16)の設けられているボディ(13)に設置され、液体材料供給口(15a)から気化域(4)に流出する液体材料(106)を加熱するヒータ(10)と、該弁座(16)に当接・離間して前記液体材料供給口(15a)から気化域(4)に至る流路の開閉並びに開時に前記流路の開度制御が可能な弁体(1)とを備え、該流路から気化域に流出する液体材料(106)の流量を制御可能である』ことを特徴とする。

【0019】『請求項4』は弁体(1)の構造に関し『弁体(1)が、弁座(16)に当接・離間するダイヤフラムである』ことを特徴とするのであり、これにより弁体(1)の熱容量が小さいため、ヒータ(10)により弁体(1)が短時間で平衡温度に達し、始動から定常運転までの時間を短縮する事ができる。

【0020】

【実施の形態】以下、本発明を好適な実施例を用いて説明する。図1は本発明による気化装置を使用した成膜処理機構の概要を示した図であるが、気化装置以外は上記した従来のもの同様であるので、ここでの説明は省略する。図2は本発明の気化装置の第1実施例の断面図であり、図3はその要部を拡大した図である。

【0021】図3において、(7)は液体材料(106)が液体の状態で満たされた液体域であり、(4)は液体材料(106)が気化する気化域である。(1)は液体材料(106)の供給量を制御するためのブロック状の弁体であり、開度制御による流量の微小な制御と閉止の両方の動きを有している(換言すれば、従来の装置における流量制御弁体(23)と、閉止用弁体(24)の両方役割を兼ねている)。弁体(1)の材料としてはフッ素樹脂(PTFE, CPTFE)、ポリイミド樹脂等の合成樹脂や耐腐蝕性の金属を用いることができる。

【0022】ボディ(13)に設けられた液体入口(15)から入った液体材料(106)は弁座(16)のほぼ中央に設けられた液体材料供給口(15a)を通して液体域(7)に供給される。液体域(7)内の液体材料(106)の気化域(4)への流出量は弁体(1)の動き(弁体(1)の開度、即ち弁体(1)の弁材当接部(1a)と弁座(16)との離間距離)により制御される。前記液体域(7)は、弁体(1)の底面に凹設された凹所(1c)と弁座(16)とで構成される空間であり、凹所(1c)の周囲には弁座(16)に当接・離間する弁体当接部(1a)が突設されている。

【0023】バネ(9)は弁体(1)を押し上げ、弁体(1)の弁材当接部(1a)と弁座(16)との間隙を広げて液体域(7)と気化域(4)とを連通させようとする。一方、ソレノイドや積層圧電素子を用いた流量制御用駆動素子(4)の動作は、ソレノイドの場合は磁芯(5)から流量制御用ブラ

ンジャ(3)に、積層圧電素子の場合には積層圧電素子の接触端から流量制御用プランジャ(3)に伝達される。流量制御用プランジャ(3)はダイアフラム(2)を介して弁体端部(1b)をバネ(9)に抗して押し下げ、弁体端部(1b)を弁座(16)側に移動させる。したがって、流量制御用駆動素子(4)による弁体(1)の位置制御により、微小な流量を正確に制御することができる。前記位置制御は、マスフローメータ(101)によって計測された流量を流量制御用駆動素子(4)にフィードバックして行われる。

【0024】弁体(1)の弁材当接部(1a)と弁座(16)との間隙より一定量づつ流出してくる液体材料(106)は、直後に気化域(4)内の減圧下にさらされ、またヒータ(10)により加熱され急膨張し瞬間的に気化される。この場合、従来と異なり、液体材料(106)が気化域(4)に出現する箇所には閉止用弁体がなく、十分に大きなコンダクタンスを得ることができる。したがって完全な気化が行われ、液体が気化せず残存するようなことない。尚、図中(14)はボディ(13)の温度を測定するための熱電対である。

【0025】液体材料が気化した気化材料はキャリアガス入口(11)から導入されたキャリアガスによって混合ガスとなって出口(12)へ送られ、CVD装置(102)へ搬送される。尚、気化装置(100)がCVD装置(102)に直接接続されている場合には必ずしもキャリアガスは必要としない。その場合キャリアガス入口(11)を設けないか、バルブ等を付加してキャリアガス入口(11)を塞ぐとよい。キャリアガスを使用しない本発明による気化装置(第1実施例の変形例)の断面図を図4に、その要部拡大断面図を図5に示す。

【0026】プロセス終了時には開閉弁用圧縮ガス入口(8)への圧縮ガス(109)の供給を停止してガスを逃がし、スプリング(7a)の力で開閉用プランジャ(6)を作動させる。半導体の成膜においては液体材料(106)が気化装置に残留した場合、ウェハに悪影響を及ぼすので、短時間に、かつ完全に閉止する必要があるため、開閉用駆動素子(7)として閉止方向にスプリング(7a)を使用した単動型の空気弁(7b)を用いている。

【0027】開閉用プランジャ(6)は流量制御用プランジャ(3)の同一線上に設けられているため、その作動により流量制御用プランジャ(3)の上端と当接し、流量制御用プランジャ(3)を下方に押し下げる。これにより、弁体(1)が押し下げられ、弁体(1)の弁体当接部(1a)が弁座(16)に当接して液体域(7)と気化域(4)との間が閉塞され液体材料(106)の気化を停止させる。プロセスを開始させる際には反対に圧縮ガス(109)を送り込めば、空気弁(7b)の働きにより開閉用プランジャ(6)が流量制御用プランジャ(3)より離れるので、弁体位置の制御(すなわち、液体材料(106)の流量の制御)が可能な状態となる。

【0028】次に、図6、7に従って本発明気化装置の

第2実施例を説明する。第1実施例の各部と同一部分は同一番号を付して説明を省略する。第2実施例は弁体(1)にダイアフラムを使用した例である。ダイアフラム型弁体(1)の形状は通常使用される円板状で、同心円状(本実施例では円状の凹凸が1重である。)の凹凸(1d)が形成され、その周囲がボディ(13)にて拘束されるようになっている。その中央部を押圧するとその中心部が押圧方向に撓み、押圧力を除くと弁体(1)自身の張力で元に戻るようになっている。

【0029】ボディ(13)の中央には液体入口(15)が設けられており、その両側にキャリアガス入口(11)と混合ガス出口(12)が配設されており、液体入口(15)の直上に張設されたダイアフラム型弁体(1)が液体材料供給口(15a)に当接・離間するようになっており、キャリアガス入口(11)と混合ガス出口(12)とは接触しないようになっている。これにより、ダイアフラム型弁体(1)とキャリアガス入口(11)及び混合ガス出口(12)との間の空間が気化域(4)になる。《なお、ダイアフラム型弁体(1)は液体材料供給口(15a)に直接当接・離間するようになってするので、第1実施例のような弁体(1)の底面の凹所(1c)が存在しないので、第1実施例の液体域(7)は液体入口(15)の液体材料供給口(15a)までという事になる。》また、このダイアフラム型弁体(1)の材料もフッ素樹脂(PTE, CPTFE)、ポリイミド樹脂等の合成樹脂や耐腐蝕性の金属を用いる。

【0030】第2実施例で使用される流量制御用駆動素子(4)も、例えばソレノイドや積層圧電素子等で、流量制御用プランジャ(3)を介してダイアフラム型弁体(1)を押圧するようになっている。ダイアフラム型弁体(1)はそれ自身張力を有しているので、流量制御用プランジャ(3)の動きに追従して動くことになり、流量制御用駆動素子(4)が作動して流量制御用プランジャ(3)を介してダイアフラム型弁体(1)を押し下げ、液体材料供給口(15a)に密着させると液体材料供給口(15a)が閉止して液体材料(106)の供給が停止し、逆方向に作動するとダイアフラム型弁体(1)が液体材料供給口(15a)から離間して液体材料(106)の気化域(4)への供給が開始される。

【0031】ここで、弁体(1)が薄いダイアフラム型であると、第1実施例のブロック状の弁体(1)と違って熱容量が小さく、従って始動時に所定温度まで短時間に昇温し平衡に達する。従って立ち上がり時間が非常に短いという利点がある。また、重量も小さいので、当然その動作も俊敏で応答性がより高いという利点もある。

【0032】第2実施例の場合も第1実施例と同様、キャリアガスを必要としない場合があり、その場合の断面図を図8に示す。なお、実施例1では流量制御用駆動素子(4)としてソレノイドを使用した例が、実施例2では積層圧電素子を使用した例が示されているが、実施例1の場合に積層圧電素子を、実施例2の場合にソレノイドを使用する事は可能である。

【0033】次に、マスフローメータ(101)における流量変動を調べたところ本実施例では表1に示す結果が得られた。比較のために従来の弁構造を備えた気化装置の

場合の結果も同表に示す。

【表1】

液体材料(TEOS)供給時の流量変動量

設定流量 (ng/min)	流量変動量(ng)	
	実施例	従来例
1000	±4.2~4.6	±4.6~9.0
800	±3.0~3.6	±11.2
600	±2.6~3.8	±17.2~19.0
400	±2.0~2.6	±7.2~11.2
200	±2.6	±3.8

【0034】この結果から本発明では流量変動は従来の5分の1程度に減少していることが分かる。マスフローメータ(101)における流量変動はCVD装置(102)の成膜性能に直接影響を与えるので、本発明によりその影響が極めて少なくなっている。このように気化が完全に効率的に行われることにより成膜の膜厚の均一性が向上すると共に、不良率が低下し、更にデバイスの特性が向上する。

【0035】

【発明の効果】以上述べたように本発明により気化効率が高く、圧力変動の少ない気化装置を提供し、成膜の精度を高めることができるので、ウエハの歩留りを向上させることができる。また、弁体をダイアフラム型にすることにより立ち上がり時間の短縮と弁体の応答性の向上を計る事ができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による気化装置を備えた成膜機構の概念図。

【図2】本発明による気化装置の第1実施例の断面図。

【図3】本発明による気化装置の第1実施例の要部拡大断面図。

【図4】キャリアガスを使用しない本発明による気化装置の第1実施例の断面図。

【図5】キャリアガスを使用しない本発明による気化装置の第1実施例の要部拡大断面図。

【図6】本発明による気化装置の第2実施例の閉止状態の断面図。

【図7】本発明による気化装置の第2実施例の開状態の要部拡大断面図。

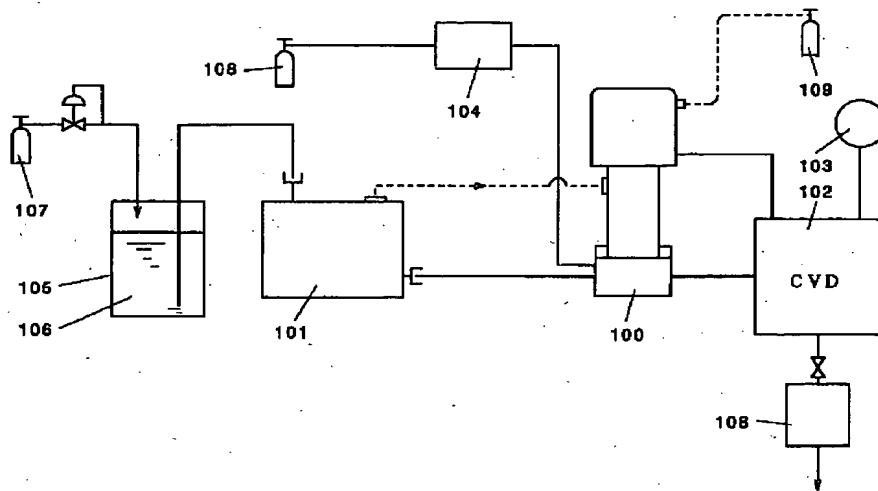
【図8】キャリアガスを使用しない本発明による気化装置の第2実施例の要部拡大断面図。

【図9】従来の気化装置の要部拡大断面図。

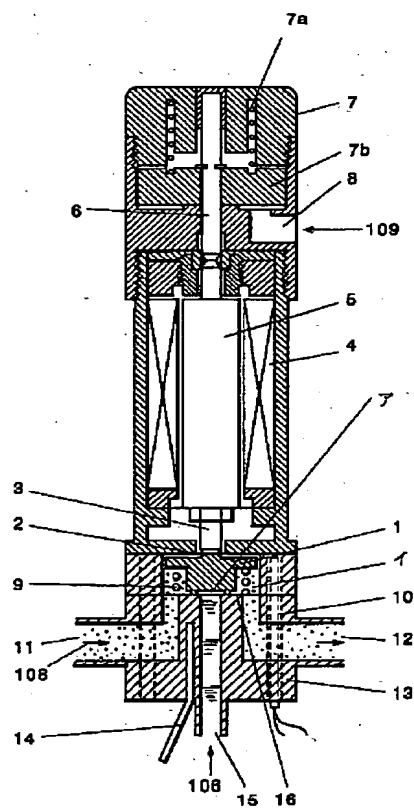
【符号の説明】

- (1) 弁体
- (2) ダイアフラム
- (3) 流量制御用プランジャ
- (4) 流量制御用駆動素子
- (5) 磁芯
- (6) 開閉用プランジャ
- (7) 開閉用駆動素子
- (8) 開閉弁用圧縮ガス入口
- (9) スプリング
- (10) ヒータ
- (11) キャリアガス入口
- (12) 気化材料とキャリアガスの混合ガスの出口
- (13) ボディ
- (14) 熱電対
- (15) 流体入口
- (16) 弁座

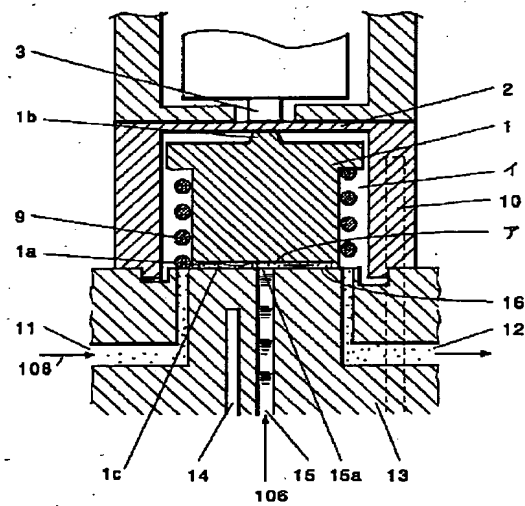
【図1】



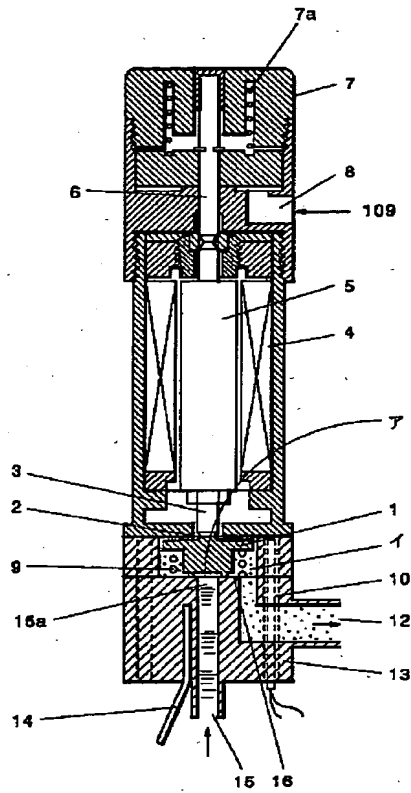
【図2】



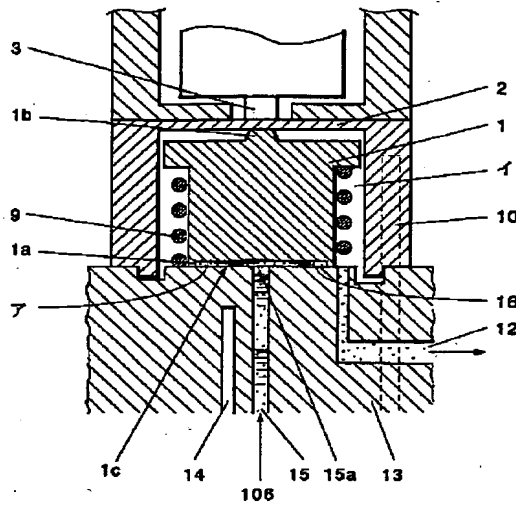
【図3】



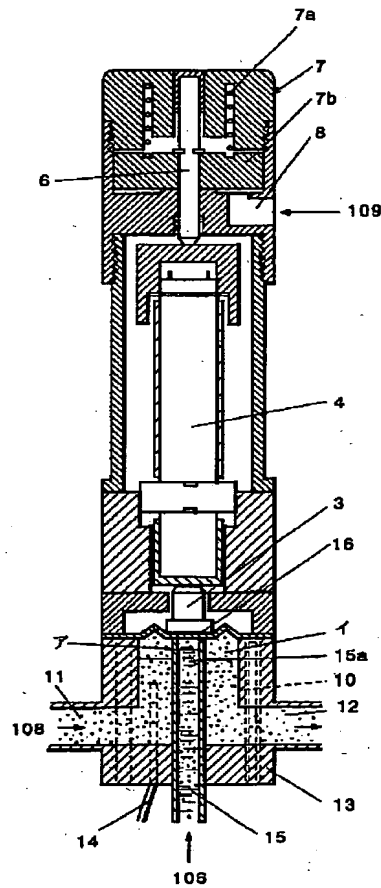
【図4】



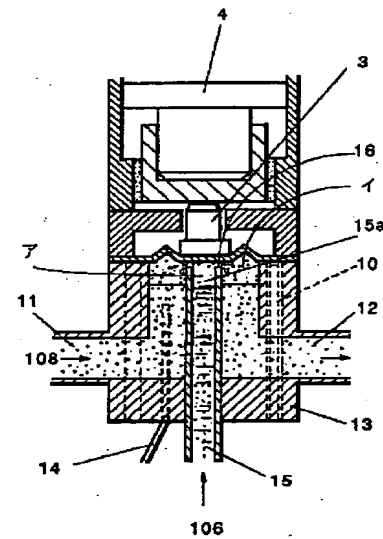
【図5】



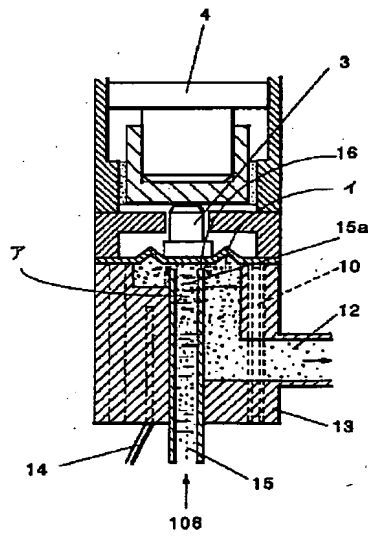
【図6】



【図7】

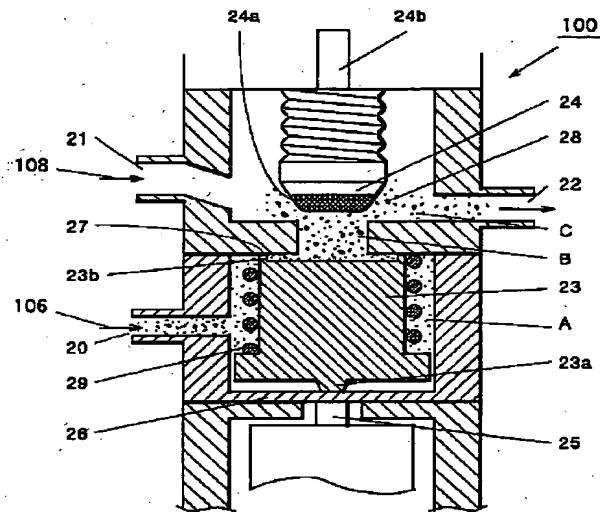


【図8】





【図9】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
H01L 21/31

識別記号

F I  
H01L 21/31

B